

51

Int. Cl.:

C 09 c, 1/50

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.:

22 f, 1/50

10

11

21

22

43

Offenlegungsschrift 2113 425

Aktenzeichen: P 21 13 425.8-41

Anmeldetag: 19. März 1971

Offenlegungstag: 28. September 1972

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: —

33

Land: —

31

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung: Verfahren zum Konstanthalten der Teilchenfeinheit von Rußen im Furnace-Prozeß

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vormals Roessler, 6000 Frankfurt

Vertreter gem. § 16 PatG: —

72

Als Erfinder benannt: , Rothbühr, Lothar, Dr., 5030 Kalscheuren, Post Hermülheim

Prüfungsantrag gemäß § 28 b PatG ist gestellt

DT 2113425

Best Available Copy

Verfahren zum Konstanthalten der Teilchen-
feinheit von Russen im Furnace - Prozess

2113425

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Konstanthalten einer gewünschten, durch die Jodadsorption charakterisierten Teilchenfeinheit von Russen bei Herstellung im Furnace-Prozess.

Der grösste Teil des heutigen Russbedarfs wird durch Herstellung nach dem Furnace - Russprozess gedeckt. Dieser zeichnet sich dadurch aus, dass in geschlossenen, ausgemauerten Öfen Brenngas, Verbrennungsluft und Russrohstoff in geeigneten Einsatzmengen mit Luftunterschuss so zur Reaktion gebracht werden, dass die gewünschte Russqualität entsteht. Den wesentlichsten Beitrag für den entstehenden Russkohlenstoff erbringt dabei der eingespritzte Russrohstoff, welcher normalerweise ein Öl mit hohem Aromatengehalt darstellt. Der Russ fällt dabei als Suspension in einem noch brennbaren Abgas an. Typische Ofenrussabgase enthalten ausser Wasserdampf noch Stickstoff, Wasserstoff, Kohlenmonoxid, Kohlendioxid, Methan und Acetylen.

Als Hauptmerkmal der Feinheit eines Russes wird seine Oberflächengrösse angesehen. Im technischen Gebrauch und in Spezifikationen, die zwischen Hersteller und Verbraucher für die Bestimmung von Feinheit und Oberflächengrösse des Russes abgestimmt wurden, hat sich die Jodadsorptionszahl des Russes eingeführt (ASTM D 1510 - 65, DIN - Entwurf 53 582).

Um einen Russ mit bestimmter Jodadsorptionszahl herzustellen, muss das Verhältnis des Oxydationsmittels (luft- oder sauerstoffhaltiges Gas) zu den brennbaren Bestandteilen

209840/0910

(Brenngas und Russrohstoff) richtig eingestellt werden. Bei Erhöhung des Verhältnisses zwischen Verbrennungsluft und der Summe von Brenngas und Russrohstoff steigt die Russfeinheit und die Jodadsorptionszahl des Russes an; bei Erniedrigung des Verhältnisses zwischen Verbrennungsluft und der Summe von Brenngas und Russrohstoff sinkt die Teilchenfeinheit und die Jodadsorptionszahl des hergestellten Russes ab.

Bei der kommerziellen Russherstellung kommt es dann darauf an, Russe einer bestimmten, möglichst gleichbleibenden Teilchenfeinheit und damit gleichbleibender Jodadsorptionszahl herzustellen. Aus diesem Grunde wird bei den Russherstellern ein erheblicher Aufwand zur gleichbleibenden Dosierung der Betriebsstoffe Brenngas, Verbrennungsluft und Russrohstoff, getrieben.

In der Praxis lässt es sich aber nicht vermeiden, dass immer wieder Schwankungen in der Russqualität auftreten. Ursachen hierfür liegen zum Beispiel in Änderungen der Temperatur und der Feuchtigkeit der für den Prozess angesaugten Verbrennungsluft. Aber auch andere Faktoren können stören. So können durch geringste Ablagerungen an den Staubblenden für die Brenngas-, Verbrennungsluft- und Russrohstoff-Mengenmessungen Änderungen der Messwerte und damit der eingegebenen Mengen auftreten. Auch durch Schwankungen in der Temperatur des Russrohstoffs werden Änderungen an dessen Menge bewirkt. Meist wird auch zur Verbesserung der Wirtschaftlichkeit die für den Prozess vorgesehene Verbrennungsluft in Röhrenaustauschern vorgewärmt. Innerhalb dieser Röhren läuft das russhaltige Gas im Gegenstrom und kühlt sich dabei ab. Dabei bilden sich häufig Russablagerungen auf den Wärmeaustauscherröhren, was die Wärmeübertragung infolge der isolierenden Wirkung des Russes verringert. Als Ergebnis erhält man eine Veränderung der Temperatur der vorgewärmten Luft, und zwar auch dann, wenn die angesaugte Kaltluft eine konstante Temperatur aufweist. Ähnliche Effekte können aber auch durch

Regen, Nachtabkühlung und ähnliche Einflüsse auftreten; besonders Freiluftanlagen können davon betroffen sein.

Schließlich kann oft auch die Gleichmässigkeit der chemischen und physikalischen Zusammensetzung der zu verwendenden Betriebsstoffe kritisch sein. So muss bei der Herstellung von Furnace-Russ häufig Raffineriegas als Brenngas eingesetzt werden. Dieses Gas weist sowohl in seinem Heizwert als auch in seinem Verbrennungsluftbedarf von Zeit zu Zeit merkliche Schwankungen auf.

Aus vorstehend beschriebenen Gründen werden also genannte Störquellen immer wieder wirksam, wodurch unerwünschte Schwankungen in den Jodadsorptionszahlen des hergestellten Russes resultieren. Man hat sich bisher dagegen beholfen, von Zeit zu Zeit die Jodadsorption des hergestellten Russes im Labor zu bestimmen und entsprechend den auftretenden Abweichungen dann Korrekturen an den eingesetzten Betriebsstoffen vorzunehmen. Diese Massnahmen erfordern viel Zeit, da eine Rußprobe zunächst aus der Produktionsanlage in ein Laboratorium gebracht, dort untersucht und dann der ermittelte Wert an die Anlage zurückgemeldet werden muss. Bei Anlagen mit hohem Russausstoss kann in der Zwischenzeit aber schon eine grosse Menge ausserhalb der Spezifikation liegenden, also unbrauchbaren Russes angefallen sein. Noch grösser sind die Schwierigkeiten beim Anfahren einer Furnace-Russanlage. Bis die Produktion mit Hilfe von labortechnischen Russuntersuchungen richtig eingestellt ist, sind oft erhebliche Mengen von Abfallruss angefallen.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Regelverfahren zum laufenden Konstanthalten einer gewünschten Teilchenfeinheit von Russen bei Herstellung im Furnace-Prozess zu schaffen.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, dass die nach der Jodadsorptionsmethode ermittelte Teilchenfeinheit der Russe dem Methan- und Acetylengehalt des den Furnace-Reaktor verlassenden Abgases umgekehrt proportional und dem Kohlenmonoxidgehalt dieses Abgases direkt proportional ist.

Die Erfindung betrifft demgemäss ein Verfahren zum Konstanthalten einer gewünschten, durch die Jodadsorption charakterisierten Teilchenfeinheit von Russen bei Herstellung im Furnace-Prozess durch laufende quantitative, ultrarotspektroskopische Analyse des Abgases aus dem Reaktor auf die Komponenten Methan und/oder Acetylen oder Kohlenmonoxid, und analysenabhängige, bezüglich Methan- und Acetylenmessgrösse umgekehrt proportionale, bezüglich Kohlenmonoxidmessgrösse direkt proportionale Mengenregelung mindestens einer der dem Reaktor zuströmenden Betriebsstoffe Brenngas und Russrohstoff auf Konstantbleiben der zur Erzielung der gewünschten Jodadsorption erforderliche Messgrösse (n). Wenn die Verbrennungsluftmenge zur Steuerung benutzt werden soll, wird für die Komponenten Methan und/oder Acetylen eine direkt proportionale und für die Komponente Kohlenmonoxid eine umgekehrt proportionale Regelung angewandt. Das zu analysierende Abgas wird vor Einführung in das Ultrarot-Messgerät sorgfältig von Russ und Wasser befreit. Die Ultrarotanalysatoren des Messgerätes werden auf die jeweils zu analysierenden Gase und deren erwartete Konzentration eingestellt. Sie werden in voreingestellten Abständen automatisch geeicht und korrigiert. Bevorzugt wird bei voreingestelltem Betriebsstoff-Hauptstrom die Regelung auf einen kleinen Betriebsstoff-Nebenstrom wirksam.

Nach einer weiteren Ausgestaltung des erfindungsgemässen Verfahrens erfasst man als Messgrösse laufend die Gesamtmenge der im Abgas enthaltenen Kohlenwasserstoffe mittels Flammenionisationsdetektoren und regelt direkt proportional den erhaltenen Werten die Mengen des Lufteinsatzes oder umgekehrt proportional die Mengen des Gas- bzw. Russrohstoff-Einsatzes auf Konstantbleiben der zur Erzielung der gewünschten Jodadsorption erforderlichen Messgrösse.

Das erfindungsgemässe Verfahren erlaubt eine reproduzierbare Einstellung gewünschter Jodadsorptionswerte von Furnace-Russen selbst in feinsten Abstufungen und ist daher anderen bekannten

Verfahren überlegen. So soll zum Beispiel nach der US-Patentschrift 3.471.260 die Wärmeleitfähigkeit eines Russreaktorabgases als Mass für dessen Wasserstoffgehalt zur Kontrolle der Jodadsorption des Russes herangezogen werden.

Bei Überprüfung des Verfahrens zeigt sich jedoch, dass die Wärmeleitfähigkeit beziehungsweise der Wasserstoffgehalt keine zur Prozess-Steuerung brauchbare Messgrösse ist, weil selbst bei Reaktoreinstellungen, bei denen Russe mit stark unterschiedlicher Jodadsorption resultieren (Änderungen von zum Beispiel 15 mg/g), keine signifikanten Änderungen der Wärmeleitfähigkeit auftreten. Besonders bei Änderungen der Jodadsorption durch Variation der Verbrennungsluft-Temperatur ergibt sich vielmehr ein breites uncharakteristisches Streufeld, ja zum Teil kehrt sich die zwischen Wasserstoffgehalt und Jodadsorption bestehende Beziehung vollkommen um. Änderungen der Verbrennungsluft-Temperaturen sind aber, wie schon weiter vorn ausgeführt, gerade die betrieblich am häufigsten auftretenden Störgrössen. Die Erfindung wird anhand der nachfolgenden Beispiele in Verbindung mit den anliegenden Zeichnungen weiter erläutert.

Beispiel 1

Bei der Herstellung des feinteiligen Ofenrusses Corax P* wurde mit folgenden Einsatzmengen in einem Russreaktor bekannter Bauart gefahren:

Ölmenge	590 l/h
Zerstäuberluftmenge	150 Nm ³ /h
Verbrennungsluftmenge	2 200 Nm ³ /h
wässrige Additivlösung zum Öl zugesetzt	3 l/h
Raffineriegasmenge	110 Nm ³ /h

Variiert wurde die Verbrennungslufttemperatur zwischen 420 und 470°C. Wie schon weiter vorn ausgeführt, können Veränderungen in dieser Grössenordnung auch vollkommen unbeeinflussbar dadurch entstehen, dass sich in den Gegenstromvorwärmern isolier-

* eingetragenes Warenzeichen

ende Russ-Schichten bilden. Dadurch wird der Wärmeaustausch verschlechtert und die Lufttemperatur verringert. Ähnliche Effekte können bei Einwirkung von Regen auf Freiluftanlagen auftreten. Es handelt sich bei der Veränderung der Temperatur der vorgewärmten Luft also um eine Störgrösse, die in der Praxis am häufigsten auftritt. In dem Abgasstrom des Russreaktors befand sich eine poröse Sonde, die das russfreie Abgas in eine Wasserabscheidung führte und das wasserfreie Gas auf vier kontinuierlich messende Geräte verteilte:

1. einen Wärmeleitfähigkeitsdetektor
(der auf den Wasserstoffgehalt eingestellt und geeicht war)
2. ein Ultrarotabsorptionsgerät
(das selektiv auf den Methangehalt eingestellt und geeicht war)
3. ein Ultrarotabsorptionsgerät
(das selektiv auf den Acetylgehalt eingestellt und geeicht war)
4. ein Ultrarotabsorptionsgerät
(das selektiv auf den Kohlenmonoxidgehalt eingestellt und geeicht war).

Aus folgender Tabelle 1 und Abb. 1 ist die Veränderung der Jodadsorption und der Gaszusammensetzung bei Veränderung der Verbrennungslufttemperatur zu entnehmen.

Zusammenhang der Gaszusammensetzung und der Jodadsorption bei der Herstellung von Corax P bei Variation der Verbrennungslufttemperatur (CH_4 -, C_2H_2 - und CO-Gehalt über Ultrarotabsorption, H_2 -Gehalt über Wärmeleitfähigkeit gemessen)

CH_4 -Gehalt (Vol%)	0,045	0,048	0,050	0,060	0,062	0,065	0,069	0,070	0,071
Jodadsorption (mg/g)	150 149 148	146	147	145	143	143	140 139	139	139
C_2H_2 -Gehalt (Vol%)	0,031	0,032	0,033	0,034	0,037	0,038	0,039		
Jodadsorption (mg/g)	153	152 148 147	150 149	146	143 140 139	140	139		
H_2 -Gehalt (Vol%)	14,90	14,98	15,00	15,10					
Jodadsorption (mg/g)	150 147 140	149	147 140	143					
CO-Gehalt (Vol.%)	12,50	12,60	12,70	12,90	13,20	13,40	13,70	13,80	14,20
Jodadsorption (mg/g)	139	139 140	140	143	143	148	146	146 147 148	152 153

Während die Wärmeleitfähigkeit und der Wasserstoffgehalt auf Veränderungen der Jodadsorption von 15 mg/g überhaupt nicht signifikant reagieren, ergeben sich bei der Ultrarotabsorption für die Methan-, Acetylen- und Kohlenmonoxidgehalte exakte Zusammenhänge zwischen Jodadsorption und Gasanalyse.

Beispiel 2

Wie unter Beispiel 1 beschrieben, wurde Schritt für Schritt Menge oder Temperatur eines der Einsatzstoffe (Gas, Öl, Luft) verändert. Dabei wurde die Wärmeleitfähigkeit des den Russ abführenden Gases verfolgt (Wasserstoffgehalt) und die Ultrarotabsorption (eingestellt auf Methan- und Acetylengehalt) gleichfalls überwacht.

Die erhaltenen Messwerte wurden mit den Jodadsorptionswerten des gleichzeitig hergestellten Russes in Beziehung gesetzt. Es wurde wiederum der feinteilige Ofenruss Corax P* hergestellt.

Die Einstelldaten wurden wie folgt geändert:

Ölmenge	656 - 605 l/h
Öltemperatur	207 - 220 °C
Raffineriegasmenge	95 - 125 Nm ³ /h
Verbrennungsluftmenge	2 150 - 2250 Nm ³ /h
Verbrennungslufttemperatur	420 - 470 °C

Nur die Zerstäuberluftmenge wurde mit 150 Nm³/h konstant gehalten. Die Ergebnisse sind in den folgenden Tabellen 2, 3 und 4, bzw. in den Abb. 2 - 4 wiedergegeben.

*eingetragenes Warenzeichen

TABELLE 2

Zusammenhang des gemessenen Wasserstoffgehalts und der Jodadsorption während der Corax P - Herstellung bei Veränderung verschiedener Einstelldaten (H_2 über Wärmeleitfähigkeit gemessen)

Variation Ölmenge

H_2 Vol.%	14,98	15,05	15,06	15,36	15,40	15,47
Jodadsorption (mg/g)	153	151	150	143	140	137

Variation Gasmenge

H_2 Vol.%	14,60	14,67	15,12	15,28	15,33	15,40
Jodadsorption (mg/g)	157	156	152	150	147	146

Variation Verbrennungsluftmenge

H_2 Vol.%	14,75	14,85	15,00	15,12
Jodadsorption (mg/g)	158	157	152	148

Variation Öltemperatur

H_2 Vol.%	14,78	14,86	14,91	15,00
Jodadsorption (mg/g)	152	150	149	147

Variation Verbrennungslufttemperatur

H_2 Vol.%	14,93	14,95	15,10	14,95
Jodadsorption	150	148	143	139

TABELLE 3

Zusammenhang des gemessenen Methangehaltes und der Jodadsorption während der Corax P - Herstellung bei Veränderung verschiedener Einstelldaten (CH₄ über UR-Absorption gemessen)

Variation Ölmenge

CH ₄ Vol. %	0,035	0,039	0,050	0,068	0,078
Jodadsorption (mg/g)	152	150	147	141	137

Variation Gasmenge

CH ₄ Vol. %	0,018	0,030	0,048	0,060
Jodadsorption (mg/g)	158	154	148	145

Variation Verbrennungslufttemperatur

CH ₄ Vol. %	0,044	0,050	0,063	0,070
Jodadsorption (mg/g)	149	147	144	140

Variation Verbrennungsluftmenge

CH ₄ Vol. %	0,032	0,044	0,051	0,066
Jodadsorption (mg/g)	156	150	147	143

Variation Öltemperatur

CH ₄ Vol. %	0,046	0,050	0,063	0,069
Jodadsorption	148	147	144	142

209840/0910

TABELLE 4

Zusammenhang des gemessenen Acetylengehalts und der Jodadsorption während der Corax P - Herstellung bei Veränderung verschiedener Einstelldaten (C_2H_2 über UR-Analyse gemessen)

Variation Ölmenge

C_2H_2 Vol.%	0,033	0,035	0,038	0,042
Jodadsorption (mg/g)	150	148	140	136

Variation Gasmenge

C_2H_2 Vol.%	0,024	0,028	0,032	0,035
Jodadsorption (mg/g)	157	153	150	146

Variation Verbrennungsluftmenge

C_2H_2 Vol.%	0,023	0,026	0,029	0,034	0,036
Jodadsorption (mg/g)	158	155	150	144	142

Variation Öltemperatur

C_2H_2 Vol.%	0,031	0,035	0,037	0,042
Jodadsorption (mg/g)	150	146	143	139

Variation Verbrennungslufttemperatur

C_2H_2 Vol.%	0,031	0,034	0,037	0,039
Jodadsorption (mg/g)	150	146	142	138

Es ist klar und eindeutig zu erkennen, dass für die Ultrarotabsorption entsprechend dem Methan- und Acetylengehalt des Abgases ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Jodadsorption und Gaszusammensetzung besteht (Abb. 3, 4), dass dagegen für die Wärmeleitfähigkeit und den so gemessenen Wasserstoffgehalt die Korrelation keinesfalls ausreicht (Abb. 2). Hieraus geht hervor, dass die Wärmeleitfähigkeit und der Wasserstoffgehalt nicht geeignet sind, bei den üblicherweise betrieblich auftretenden Mengen- und Temperaturschwankungen eine Regelung auf konstante Jodadsorption vorzunehmen. Ultrarotabsorptionsdetektoren, geeicht auf den Methan- und Acetylengehalt dagegen geben die Möglichkeit, Veränderungen in der Jodadsorption rechtzeitig zu entdecken und von Hand oder automatisch wieder einzuregeln.

Beispiel 3

Dieses Beispiel zeigt eine Anordnung, mit der besonders erfolgreich gearbeitet werden kann. Die Anordnung ist in Abb. 5 dargestellt. In dem Reaktor (1) wird durch Wärmeaustausch vorgewärmte Luft (3) eingeführt und mit der Kohlenwasserstoffbeschickung Öl (4) und Gas (2) umgesetzt. Nach Abschluss der Reaktion wird das Gemisch in bekannter Weise mit Wasser (5) abgeschreckt. Am Ofenausgang oder vor der Abscheideanlage wird das Abgas über eine poröse Sonde (6) abgezogen, wobei der Russ zurückgehalten wird. Das Abgas wird dann in mehreren Stufen von dem zunächst dampfförmigen Wasser befreit, und zwar wird es erst durch Kühler 7 und Grobabschneider 8, dann durch die Filter 9 und den Messgaskühler 10 geführt. Nach Passage eines weiteren Filters 11, der Pumpe 12 und dem Regulierrotameter 13, wird das Gas in den eigentlichen Ultrarotanalysator 14 gegeben. Der Analysator ist mit dem Eichgerät 17 verbunden, das in voreingestellten Abständen ein Eichgas auf den Analysator gibt und Veränderungen des Verstärkers 15, Veränderungen des Luftdrucks etc. automatisch korrigiert. Die Gaskonzentration wird bei 16 anzeigend und bei 19 schreibend wiedergegeben. Der Gasanalysenwert wirkt über den Gasanalysenregler 20 auf den Ölmengenregler 21 ein. Dieser Ölmengenregler

209840/0910

betätigt das Ölventil 22 und korrigiert die insgesamt fließende Ölmenge so, dass die Gasanalyse konstant gehalten wird. Geregelt wird nur ein Teilstrom des Öles, während die Hauptmenge durch das Ventil 23 konstant gehalten wird. Das Ventil 22 ist mit einem Maximal- und Minimalkontakt versehen. Bei Überschreiten der Maximalmenge und bei Unterschreitung der Minimalmenge wird das Hauptventil 23 betätigt, um das Regelventil 22 wieder in den Regelbereich zurückzuholen. Die fließenden Ölmengen werden durch die Einrichtungen 24-27 angezeigt, registriert und summiert. Die vorliegende Regeleinrichtung ist bei den vorstehenden Beispielen so eingestellt, dass auf Schwankungen, der durch den Analysator festgestellten Abgaszusammensetzung und damit der Russqualität automatisch eine Mengenverstellung eines der Einsatzstoffe (hier Öl) erfolgt, so dass Gaszusammensetzung und auch Russqualität auf den vorgesetzten Sollwert korrigiert werden. Das Wichtigste dabei ist, dass es bei dieser Anordnung gleichgültig ist, ob die Schwankung von der Gasmenge, Gasqualität, von der Lufttemperatur oder Luftmenge oder von anderen Gründen herrührt.

Es ist leicht einzusehen, dass die Erfindung nicht auf die automatische Korrektur der Russqualität durch Ölmengenregelung beschränkt ist, sondern, dass in gleicher Weise durch eine Nebenschlussgasmengenregelung oder eine Nebenschlussluftmengenregelung der gewünschte Erfolg erzielt werden könnte. Es ist auch leicht einzusehen, dass anstelle der automatischen Regelung auch eine Gasanalysenanzeige treten kann, wobei die erforderlichen Verstellungen an den Einsatzmengen von Hand vorgenommen werden.

Beispiel 4

Ein feinteiliger Ofenruss wurde mit folgenden Einstellbedingungen hergestellt:

Verbrennungsluftmenge	2 200 Nm ³ /h	2113425
Verbrennungslufttemperatur	470 °C	
Zerstäuberluftmenge	150 Nm ³ /h	
Ölmenge	585 l/h	
Öltemperatur	212 °C	
Raffineriegasmenge	110 Nm ³ /h	

Das benutzte Russöl weist folgende Kennzahlen auf:

Elementaranalyse:	Kohlenstoff	Gew. %	92,39
	Wasserstoff	Gew. %	5,84
	Stickstoff	Gew. %	0,72
	Sauerstoff	Gew. %	1,42
	Schwefel	Gew. %	0,69
Dichte in kg/l	bei 20°C		1,14
	bei 210°C		1,00
Siedebeginn	270°C		
Siedeverlauf	10 % bei 310°C		
	50 % bei 350°C		
Destillationsrückstand	%		2,7
Conradsontest	%		1,5

Das benutzte Raffineriegas weist folgende mittlere Analyse auf:

Wasserstoff	Vol. %	4
Methan	Vol. %	95
Stickstoff	Vol. %	0,2
Acetylen,		
Methan	Vol. %	0,2
Heizwert	Kcal/Nm ³	9 400
Dichte		0,72

Für einen Zeitraum von 2,5 Tagen lief die Herstellung dieses Russes in der üblichen Weise, dass die Einstellbedingungen nach den Jodadsorptionswerten gesteuert wurden. Die Steuerung besteht im allgemeinen darin, dass entsprechend der

209840/0910

erhaltenen Russprüfwerte die Gesamtölmengen um kleine Beträge (5 l/h) je nach Bedarf vergrößert oder verkleinert wird. Für einen Zeitraum von weiteren 2,5 Tagen wurden dagegen die Einstellbedingungen entsprechend der durch Ultrarotanalysator angezeigten Gasanalyse gesteuert. Der Ultrarotanalysator war auf den Methangehalt eingestellt. Die Schwankungsbreite der Jodadsorption des hergestellten Russes ist aus der nachstehenden Aufstellung zu entnehmen:

Herkömmliche Fahrweise ohne Gasanalyse

38 Jodadsorptionswerte

Mittelwert	150,4 mg/g
Standardabweichung	3,01mg/g

Fahrweise mit Gasanalyse

39 Jodadsorptionswerte

Mittelwert	150,9 mg/g
Standardabweichung	1,71mg/g

Es ist klar zu erkennen, dass die Schwankungsbreite der Jodadsorption für den hergestellten Russ (gekennzeichnet durch die Standardabweichung) auf fast die Hälfte zurückgegangen ist, wenn erfindungsgemäss nach der Gasanalyse gefahren wird.

Beispiel 5

Unter den gleichen Bedingungen wie unter Beispiel 4 wurde wieder ein Ofenruss mit einem Jodadsorptionssollwert von 150 mg/g hergestellt. Der überwachte Zeitraum wurde auf je 20 Stunden begrenzt in dem 17 Jodadsorptionswerte bestimmt wurden.

20 Stunden wurde ohne Gasanalyse mit Ultrarotanalysator gefahren, 20 Stunden dagegen mit Gasanalyse durch Ultrarotanalysator. Der Ultrarotanalysator war auf den Methangehalt eingestellt. Die Messwerte werden nachstehend mitgeteilt:

Stunden	Jodadsorption	
	ohne Gasanalyse mg/g	mit Gasanalyse mg/g
0	148,1	152,2
1	154,4	152,5
2	148,8	150,0
3	150,0	150,0
4	-	150,0
5	152,5	150,0
7	153,7	148,9
9	152,5	148,1
11	154,9	148,1
12	154,4	-
13	151,2	149,4
14	150,0	149,4
15	148,8	149,4
16	148,8	149,4
17	146,4	149,4
18	148,8	149,4
19	150,5	149,4
20	154,4	149,4
<hr/>		
Mittelwert	151,1	149,7
Standardabweichung	2,63	1,11
Anzahl der Jodadsorptions- werte	17	17

An der erhaltenen Standardabweichung für die beiden Versuchsabschnitte ist die Wirksamkeit der erfindungs-gemässen Arbeitsweise klar zu erkennen. Die mittlere Streuung ist

bei der Arbeitsweise ohne Gasanalyse mehr als doppelt so gross wie bei der Arbeitsweise mit Gasanalyse. Eine zusätzliche optische Demonstration der Werte wird in Abb. 6 gegeben.

Nach den vorstehend aufgeführten Beispielen kann durch die kontinuierliche Verfolgung der Abgaszusammensetzung von Russreaktoren eine Kontrolle und Steuerung der Russqualität erfolgen. Die lückenlose kontinuierliche Registrierung direkt an der Produktionsstätte des Russes ist jeder noch so häufigen Russprobenuntersuchung überlegen. Geeignet ist dabei die Verfolgung der Konzentration von Methan, Acetylen oder Kohlenmonoxid und mehrere dieser Gase in Kombination.

In den angeführten Beispielen erfolgte die kontinuierliche Registrierung der Gaszusammensetzung durch Ultrarotanalysatoren, die auch für die Regelimpulse für eine automatische Regelung sorgten. Die Benutzung dieser Methode ist nicht bindend für die Anwendung der erfindungsgemässen Arbeitsweise. Vielmehr kann beispielsweise auch die Summe der im Gas verbliebenen Kohlenwasserstoffe durch Flammenionisationsdetektoren kontinuierlich bestimmt und zur Steuerung der Russqualität benutzt werden.

Ein weiterer Vorteil der kontinuierlichen Gasanalyse und der automatischen Steuerung eines der Einsatzstoffe durch Gasanalyse soll noch angeführt werden. Kurzfristige Änderungen an den Ofeneinrichtungen können normalerweise nur sehr schwer ausfindig gemacht werden. Pulsierende Verstopfungen in den Ölzerstäubungseinrichtungen, kurzfristiger Ansatz und Abbau von Koksschichten, unregelmässige Quenchwasserverdüsung, Ablagerungen von Russ im Ofenraum, Veränderungen durch abplatzende Mauerungsbestandteile etc. können mit der beanspruchten Vorrichtung sofort beobachtet werden. Dies gestattet eine sofortige Abstellung der störenden Veränderungen im Ofenraum, während sonst der Ofen bis zur vollständigen Verkokung oder gar bis zur Zerstörung der Ofenmauerung weitergefahren wird, ohne dass die aufgetretenen Veränderungen bemerkt werden.

P A T E N T A N S P R Ü C H E

1. Verfahren zum Konstanthalten einer gewünschten, durch die Jodadsorption charakterisierten Teilchenfeinheit von Russen bei Herstellung im Furnace-Prozess, gekennzeichnet durch laufende quantitative ultrarotspektroskopische Analyse des Abgases aus dem Reaktor auf die Komponenten Methan und/oder Acetylen oder Kohlenmonoxid, und analysenabhängige, bezüglich Methan- und Acetylenmessgrösse umgekehrt proportionale, bezüglich Kohlenmonoxidmessgrösse direkt proportionale Mengenregelung mindestens einer der dem Reaktor zuströmenden Betriebsstoffe Brenngas oder Russrohstoff auf Konstantbleiben der zur Erzielung der gewünschten Jodadsorption erforderlichen Messgrösse(n).
2. Verfahren zum Konstanthalten einer gewünschten durch die Jodadsorption charakterisierten Teilchenfeinheit von Russen bei Herstellung im Furnace-Prozess, gekennzeichnet durch laufende quantitative ultrarotspektroskopische Analyse des Abgases aus dem Reaktor auf die Komponenten Methan und/oder Acetylen oder Kohlenmonoxid und analysenabhängige bezüglich Methan und Acetylenmessgrösse direkt proportionale, bezüglich Kohlenmonoxid umgekehrt proportionale Mengenregelung der Verbrennungsluft auf Konstanthaltung der zur Erzielung der gewünschten Jodadsorption erforderlichen Messgrösse (n).
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Ultrarotmessgeräte in voreingestellten Abständen automatisch geeicht und korrigiert werden, und dass bei einem voreingestellten Betriebsstoff - Hauptstrom die Regelung auf einen kleinen Betriebsstoff - Nebenstrom wirksam wird.

4. Verfahren zum Konstanthalten einer gewünschten, durch die Jodadsorption charakterisierten Teilchenfeinheit von Russen bei Herstellung im Furnace - Prozess, dadurch gekennzeichnet, dass man als Messgrösse laufend die Gesamtmenge der im Abgas enthaltenen Kohlenwasserstoffe mittels Flammenionisationsdetektoren erfasst und direkt proportional den erhaltenen Werten die Verbrennungsluftmenge oder umgekehrt proportional die Brenngas- oder Russrohstoffmenge auf Konstantbleiben der zur Erzielung der gewünschten Jodadsorption erforderliche Messgrösse regelt.
5. Verfahren nach Anspruch 1 - 4 zur unmittelbaren Erkennung von Veränderungen im Ofenraum, die durch Verstopfungen in den Ölzerstäubern, durch Koksabscheidung und durch Abbröckeln oder Einfall von Mauerungsteilen entstehen können.

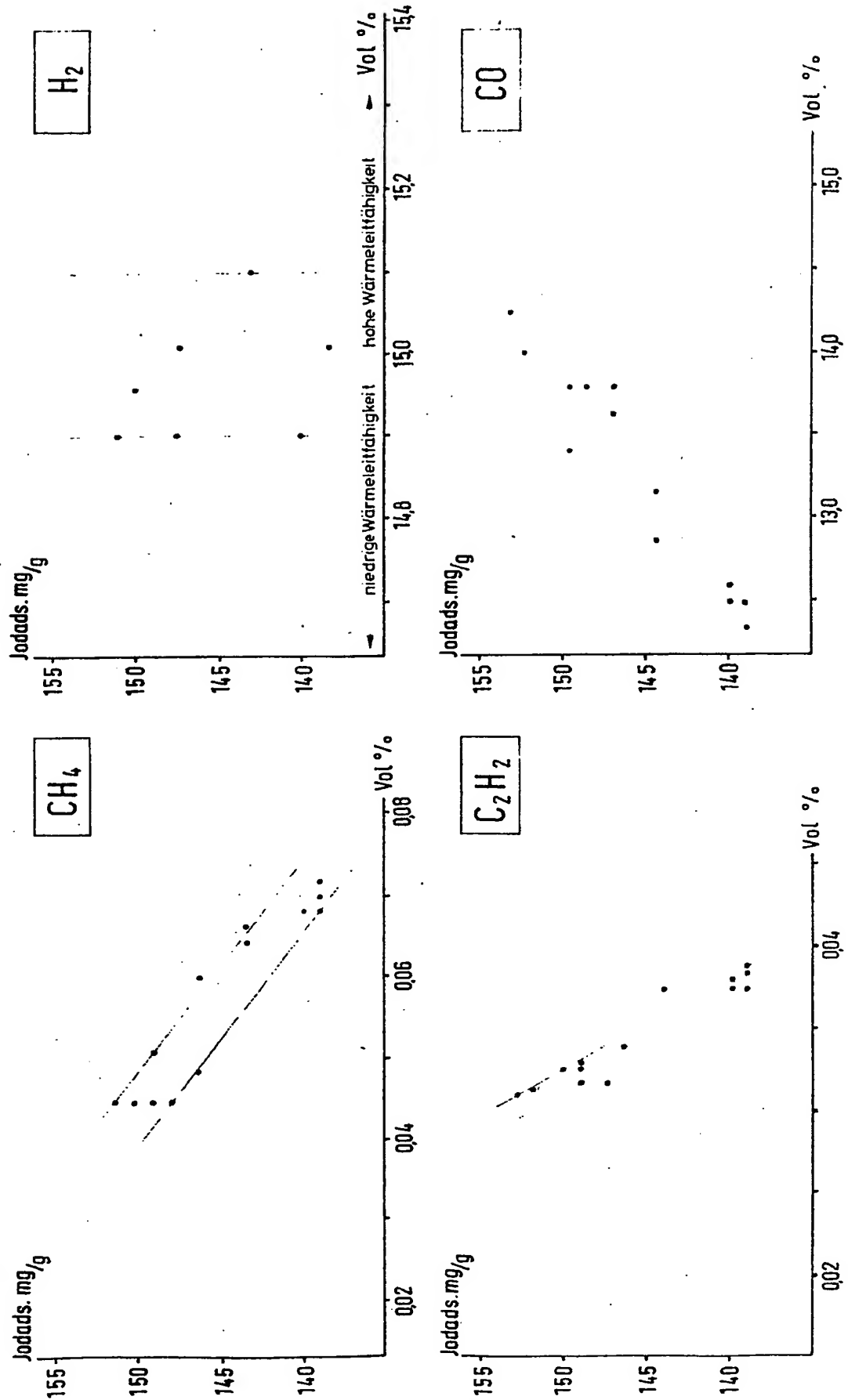
19.2.1971

PL/Dr. Kr.-Le.

2113425 -25-

Abb.1

Zusammenhang der Gaszusammensetzung und der Jodadsorption bei der Herstellung von CORAX P bei Variation der Verbrennungsluft-Temperatur.
(CH_4 -, C_2H_2 - und CO -Gehalt über UR-Absorption, H_2 -Gehalt über Wärmeleitfähigkeit gemessen)

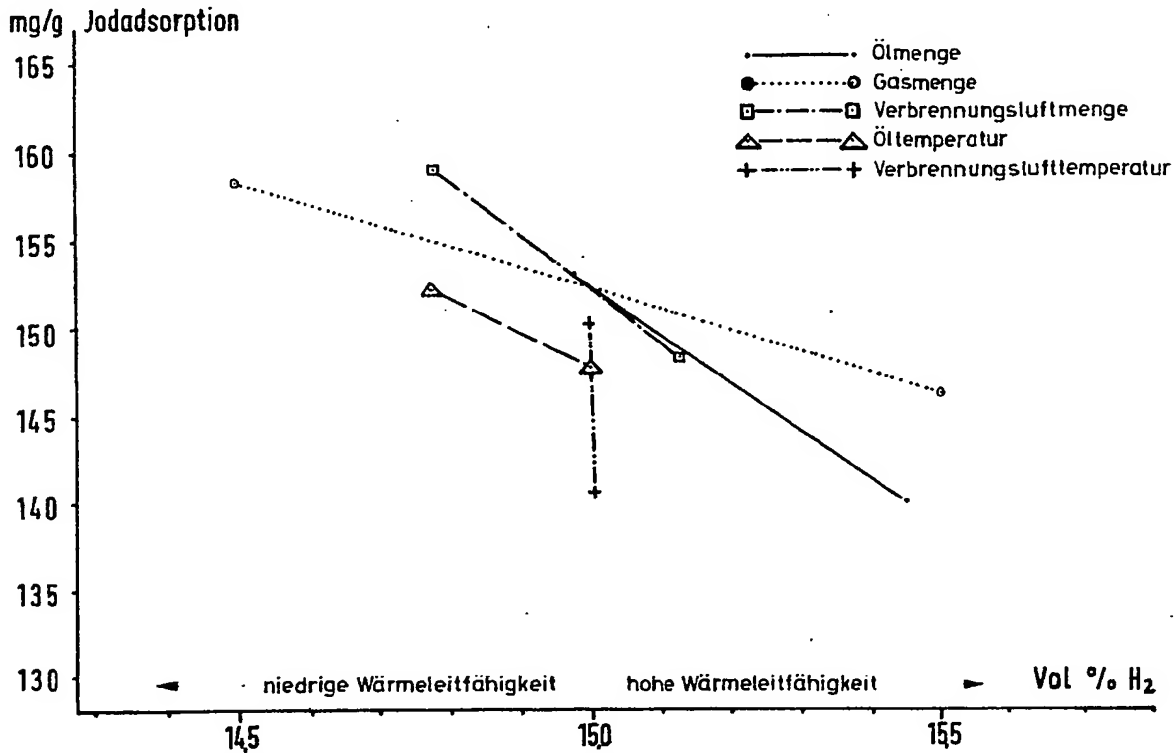


2113425

-21-

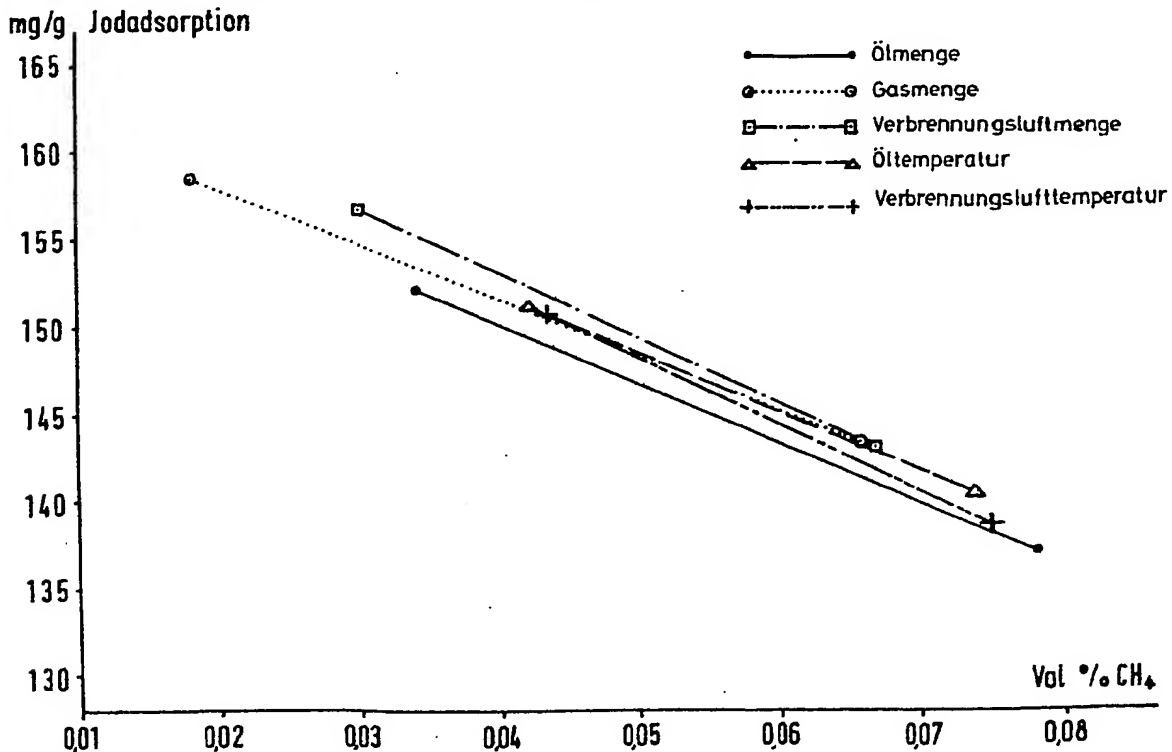
Zusammenhang des gemessenen Wasserstoffgehalts und der Jodadsorption während der CORAX P-Herstellung bei Veränderung verschiedener Einstelldaten
(H₂ über Wärmeleitfähigkeit gemessen)

Abb.2



Zusammenhang des gemessenen Methangehalts und der Jodadsorption während der CORAX P-Herstellung bei Veränderung verschiedener Einstelldaten
(CH₄ über UR-Absorption gemessen)

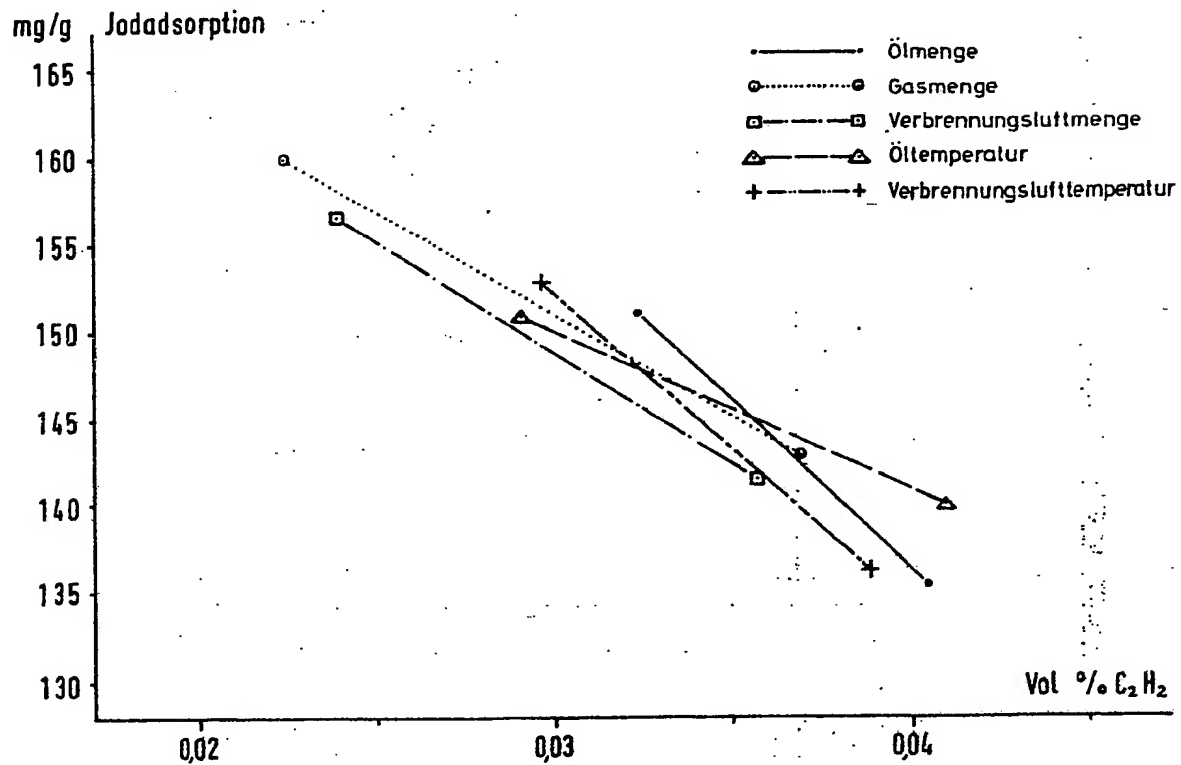
Abb.3



209840/0910

Zusammenhang des gemessenen Acetylengehalts und der Jodadsorption während der
CORAX P-Herstellung bei Veränderung verschiedener Einstelldaten
(C₂H₂ über UR-Analyse gemessen)

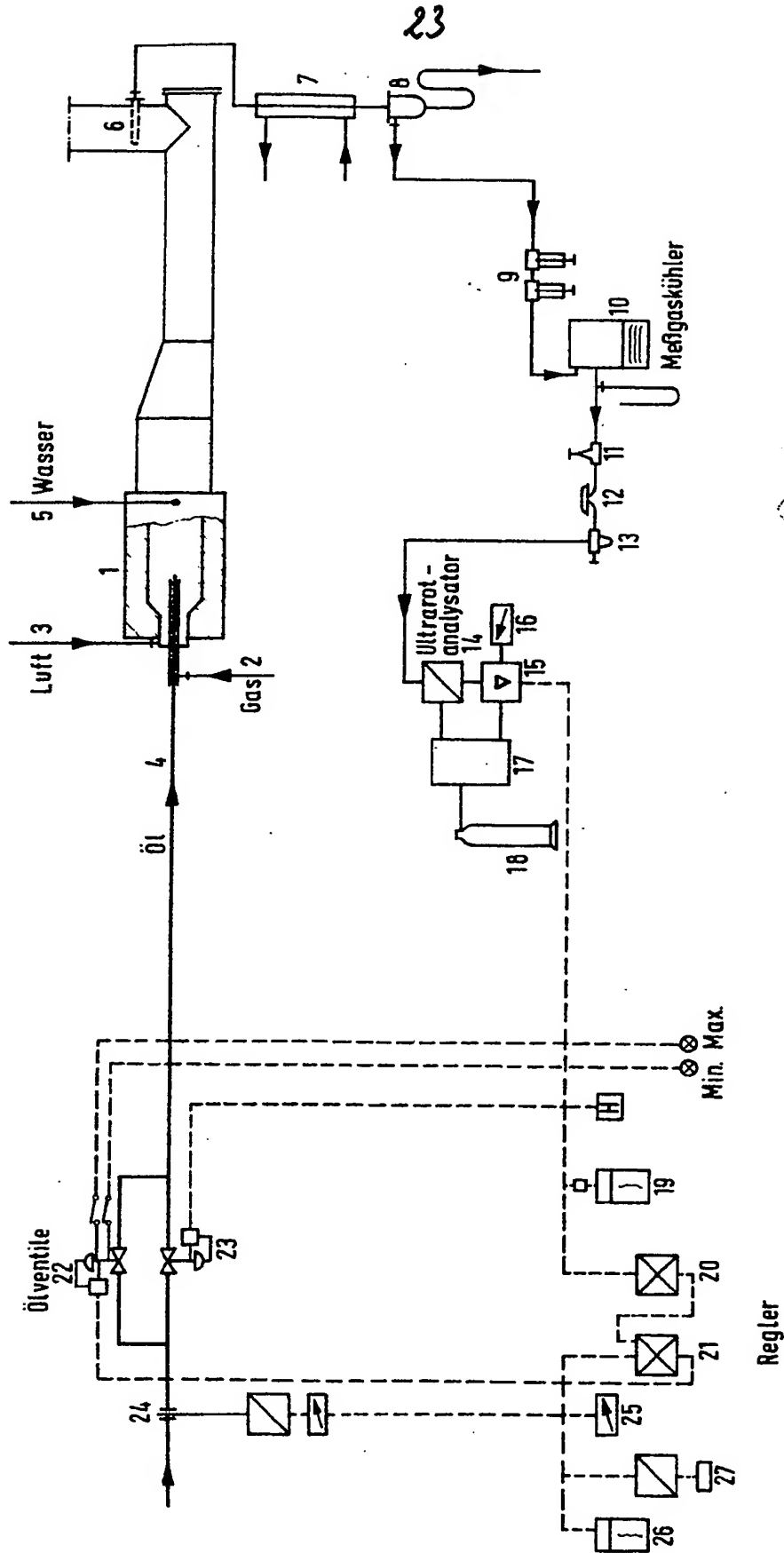
Abb. 4



2113425

Abb. 5

Apparatur zur automatischen Kontrolle und Regelung von Rußföfen



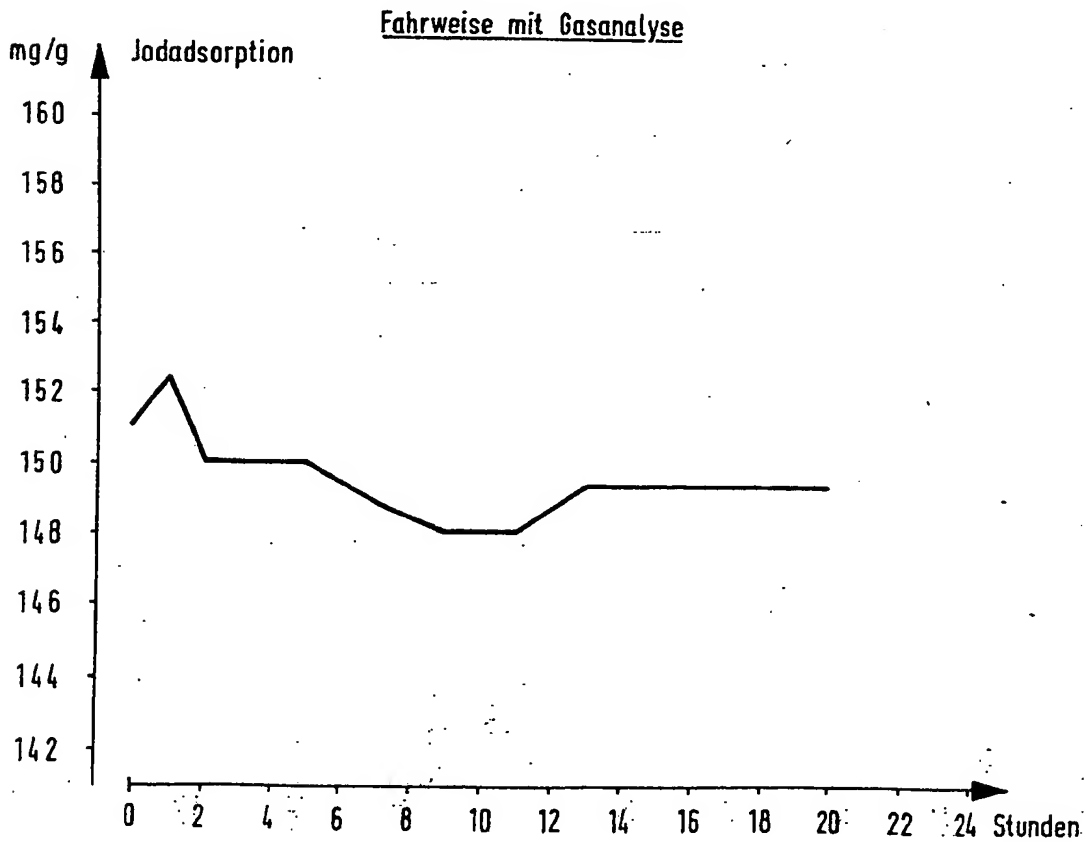
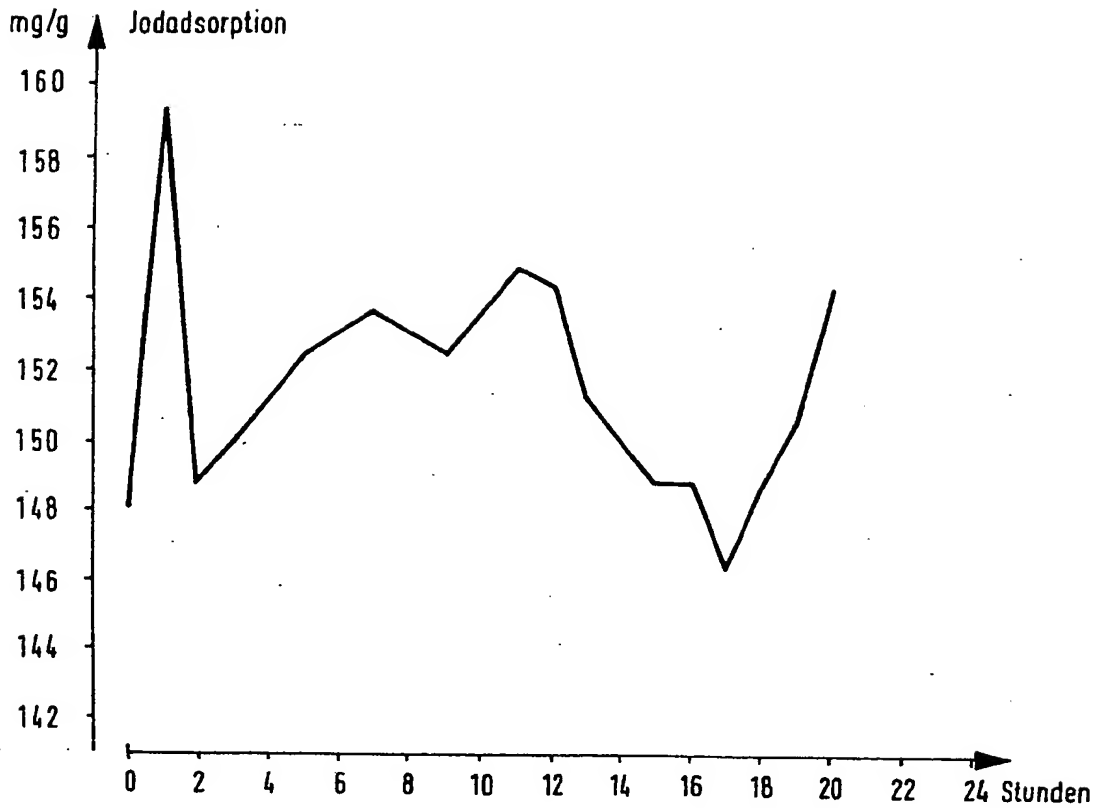
209840/0910

2113425

24

Fahrweise ohne Gasanalyse

Abb. 6



209840/0910

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.